

## МОДЕЛИРОВАНИЕ ВЫСОКОЭНЕРГЕТИЧЕСКОГО РАЗМОЛА ДЛЯ АКТИВАЦИИ СПЕКАНИЯ ПОРОШКОВ НИТРИДА КРЕМНИЯ

*Кандидаты техн. наук ГОЛУБЦОВА Е. С., КАЛЕДИН Б. А.*

*Белорусский национальный технический университет*

Широкое распространение в качестве высокотемпературных конструкционных материалов получили высокоплотные материалы на основе нитрида кремния  $\text{Si}_3\text{N}_4$  благодаря уникальной комбинации их механических и теплофизических характеристик: прочности при повышенных температурах, высокому сопротивлению коррозии, ползучести и эрозионному износу.

Получение высокоплотных спеченных нитридкремниевых материалов возможно при использовании исходных высокодисперсных порошков. Промышленные порошки  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , получаемые печным синтезом, с размером частиц 20...30 мкм и неоднородны по гранулометрическому составу, что не позволяет получить из них высокоплотную керамику. Чтобы повысить их дисперсность и однородность, обычно прибегают к операции размолота в атриторе, шаровой, струйной и вибрационной мельницах в течение 1...10 ч [1, 2]. Чем длительнее операция, тем больше примесей железооксидных соединений оказывается в порошке, что отрицательно сказывается на процессе спекания.

В данном исследовании изучена возможность размолота порошка  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , полученного методом печного синтеза, в высокоэнергетической центробежно-планетарной мельнице (активатор АГО-2). Активатор имеет три фиксированных режима работы, позволяющих осуществить ускорение мелющих тел в 20g, 40g и 60g. Предполагается, что при высокоэнергетическом процессе сократится время обработки порошка и уменьшится содержание в нем примесей.

Изменение дисперсности порошка оценивали по его удельной поверхности и грануломет-

рическому составу (удельную поверхность определяли методом тепловой десорбции азота по ГОСТ 23401–78, гранулометрический состав – дифракционным методом, содержание железа – методом рентгенофлуоресцентного анализа, кислорода – методом сжигания пробы в графитовом тигле с дальнейшим анализом отходящих газов).

За характеристику размолотых порошков принимали их спекаемость. Во всех случаях перед спеканием порошок  $\text{Si}_3\text{N}_4$  смешивали с 8 вес. % порошков оксида иттрия  $\text{Y}_2\text{O}_3$  и оксида алюминия  $\text{Al}_2\text{O}_3$  в соотношении 1 : 3 [3]. Операцию смешивания совмещали с размолом. Оксидную добавку брали в двух состояниях: в виде механической смеси дисперсных порошков с удельной поверхностью 4,3 м<sup>2</sup>/г ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ) и 32 м<sup>2</sup>/г ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ); в виде сложного соосажденного оксида с удельной поверхностью 26 м<sup>2</sup>/г. В последнем случае полагали, что при смешивании распределение оксидов в шихте будет более равномерным. Образцы для спекания диаметром 10 мм и высотой 3...4 мм прессовали в стальных пресс-формах без связки.

Спекание образцов проводили в две стадии. После первой стадии спекания (до 1500 °С) измеряли размеры образцов и строили кинетическую кривую усадки. Параллельно определяли их удельную поверхность. Спекание образцов до окончательной плотности было проведено при 1700 °С в течение 1...2 ч под давлением азота 1 МПа. Структуру спеченных образцов исследовали по изломам методом реплик.

Для проведения исследований применяли математические методы планирования эксперимента [4, 5].

На первом этапе изучали влияние ускорения мелющих тел (20g и 40g) и времени измельчения на удельную поверхность измельченных порошков  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ( $y_i$ ).

Матрица плана  $2 \times 4$  и результаты эксперимента приведены в табл. 1, в которой  $x_1$  и  $x_2$  – кодированные уровни ускорения (20g и 40g) и времени помола ( $\tau = 2,5; 5; 7,5$  и 10 мин),  $y_1$  – удельная поверхность,  $\text{м}^2/\text{г}$ . Ошибка воспроизводимости не превышала 3 % от средней величины и составляла  $S_y = 0,32$ . В табл. 1 –  $y_1$ ,  $y_2$  и  $y_3$  – экспериментальные значения, а  $\hat{y}_1$ ,  $\hat{y}_2$  и  $\hat{y}_3$  – расчетные удельной поверхности.

Таблица 1

№	$x_1$	$x_2$	$x_1x_2$	$x_2^2$	$y_1$	$\hat{y}_1$	$y_2$	$\hat{y}_2$	$y_3$	$\hat{y}_3$
1	–	–	+	+	8,84	8,15	0,59	0,37	2,95	2,83
2	–	–1/3	+1/3	1/9	10,03	9,81	0,89	0,89	4,13	3,94
3	–	+1/3	–1/3	1/9	10,62	10,84	1,48	1,41	4,28	4,50
4	–	+	–	+	11,21	11,29	1,77	1,93	4,43	4,49
5	+	–	–	+	13,57	13,46	4,13	3,97	8,24	8,17
6	+	–1/3	–1/3	1/9	14,75	14,62	4,43	4,49	10,03	9,78
7	+	+1/3	+1/3	1/9	15,05	15,18	5,02	5,01	10,62	10,82
8	+	+	+	+	15,05	15,15	5,60	5,53	11,21	11,31

После обработки результатов и проверки значимости коэффициентов по методике [4] получено адекватное уравнение

$$y_1 = 12,68 + 2,29x_1 + 1,21x_2 - 0,36x_1x_2 - 0,67x_2^2, \quad (1)$$

из которого видно, что оба фактора существенно влияют на удельную поверхность частиц порошка  $\text{Si}_3\text{N}_4$ .

Полагая  $x_1 = +1$  (ускорение 40g) и подставляя его в (1), получим зависимость удельной поверхности от времени помола

$$y_1 = 14,97 + 0,85x_2 - 0,67x_2^2. \quad (1a)$$

Это – уравнение параболы с точкой перегиба  $x_{2e} = +0,63$  ( $\tau \approx 8,6$  мин), в которой  $\hat{y}_1 = 15,24 \text{ м}^2/\text{г}$ . Таким образом, оптимальными условиями измельчения будут:  $x_1 = +1$  (ускорение 40g) и  $x_2 = +0,63$  ( $\tau \approx 8,6$  мин).

В этом случае удельная поверхность частиц порошка может достигать  $15 \text{ м}^2/\text{г}$ . Впрочем, и при  $x_1 = x_2 = +1$  получим примерно то же значение.

Как видно из табл. 1 и (1), измельчение порошка  $\text{Si}_3\text{N}_4$  в активаторе АГО-2 происходит в течение короткого промежутка времени. Через 10 мин ( $x_2 = +1$ ) сухого помола удельная поверхность составляет  $11 \text{ м}^2/\text{г}$  при 20g и  $15 \text{ м}^2/\text{г}$  при 40g. При размол в мельнице типа «Санде», имеющей значительно меньшую энергонапряженность, такую величину удельной поверхности не удастся получить даже через 1 ч размолла [5]. В связи с этим по такому же плану был проведен эксперимент по оценке влияния активатора и времени измельчения на удельную поверхность ( $y_2$ ). В качестве факторов выбраны тип активатора  $x_1$  (ускорение 20g и шаровая мельница) и  $x_2$  (время помола  $\tau = 5; 10; 15$  и 20 мин).

После обработки результатов опытов получено уравнение (при ошибке опыта  $S_y = 0,15$ )

$$y_2 = 2,95 + 1,8x_1 = 0,78x_2. \quad (2)$$

Из (2) видно, что тип активатора больше влияет на удельную поверхность, чем время измельчения. При  $x_1 = +1$  (ускорение 20g) и  $x_2 = +1$  ( $\tau = 20$  мин)  $\hat{y}_2 = 5,53 \text{ м}^2/\text{г}$ . При  $x_1 = -1$  (шаровая мельница) и  $x_2 = +1$  ( $\tau = 20$  мин)  $\hat{y}_2 = 1,93 \text{ м}^2/\text{г}$ , т. е. значительно меньше (в 2,86 раза), чем в активаторе с ускорением 20g.

По этому же плану провели эксперимент по оценке влияния среды измельчения (сухой помол и помол в ацетоне) и времени измельчения в планетарно-центробежной мельнице с ускорением 20g на удельную поверхность ( $y_3$ ). После обработки данных и проверки значимости коэффициентов [4] получено адекватное уравнение

$$y_3 = 7,33 + 3,04x_1 + 1,2x_2 + 0,37x_1x_2 - 0,63x_2^2, \quad (3)$$

из которого видно, что в этом случае наибольшее влияние оказывает  $x_1$  (среда измельчения), причем сухой помол ( $x_1 = +1$ ) способствует росту удельной поверхности. Подставив  $x_1 = +1$  в (3), получим зависимость удельной поверхности от времени измельчения

$$y_3 = 10,37 + 1,57x_2 - 0,63x_2^2. \quad (3a)$$

Это – уравнение параболы с точкой перегиба  $x_{2e} = +1,25$  (за пределами эксперимента), в которой расчетное значение  $\hat{y}_3 = 11,35$ . Следовательно, в этом случае оптимальными усло-

виями для получения максимальной удельной поверхности будут сухой помол ( $x_1 = +1$ ) и время измельчения 10 мин ( $x_2 = +1$ ).

В следующей серии опытов исследовали влияние сразу трех факторов: ускорение 20g и 40g ( $x_1$ ), среды измельчения (ацетон – сухой помол) –  $x_2$  и времени измельчения ( $\tau = 2,5; 5,0; 7,5$  и 10 мин) –  $x_3$  на удельную поверхность частиц порошка  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ( $y_3$ ).

Для проведения эксперимента был выбран план  $2 \times 2 \times 4$ , матрица которого и результаты опытов приведены в табл. 2.

Таблица 2

№	$x_1$	$x_2$	$x_3$	$x_1x_2$	$x_1x_3$	$x_2x_3$	$x_3^2$	$y$	$\hat{y}$
1	–	–	–	+	+	+	+	2,95	2,85
2	–	–	–1/3	+	+1/3	+1/3	1/9	4,13	3,99
3	–	–	+1/3	+	–1/3	–1/3	1/9	4,28	4,55
4	–	–	+	+	–	–	+	4,43	4,49
5	–	+	–	–	+	–	+	8,24	8,41
6	–	+	–1/3	–	+1/3	–1/3	1/9	10,03	10,03
7	–	+	+1/3	–	–1/3	+1/3	1/9	10,62	10,75
8	–	+	+	–	–	+	+	11,21	11,01
9	+	–	–	–	–	+	+	4,86	5,05
10	+	–	–1/3	–	–1/3	+1/3	1/9	6,07	5,89
11	+	–	+1/3	–	+1/3	–1/3	1/9	6,07	6,13
12	+	–	+	–	+	–	+	5,95	5,77
13	+	+	–	+	–	–	+	13,57	13,49
14	+	+	–1/3	+	–1/3	–1/3	1/9	14,75	14,65
15	+	+	+1/3	+	+1/3	+1/3	1/9	15,05	15,21
16	+	+	+	+	+	+	+	15,05	15,17

Здесь, как и прежде,  $x_1$ ,  $x_2$  и  $x_3$  – кодированные уровни ускорения, среды измельчения и времени помола. Ошибка воспроизводимости составляла  $S_y = 0,15$  (менее 2 % среднего значения). После обработки результатов получено уравнение регрессии, адекватно описывающее экспериментальную область ( $F_p = 2,315 < F_{кр} = 2,4$  при  $\alpha = 0,05$ ;  $f_1 = 8$  и  $f_2 = 16$ ):

$$y_4 = 8,95 + 1,59x_1 + 3,74x_2 + 0,83x_3 + 0,72x_1x_2 - 0,23x_1x_3 + 0,24x_2x_3 - 0,67x_3^2, \quad (4)$$

из которого видно, что наибольшее влияние на удельную поверхность оказывает среда измельчения ( $x_2$ ), затем – ускорение активатора ( $x_1$ ) и время помола ( $x_3$ ). Приняв  $x_1 = +1$  и  $x_2 = +1$  и подставив эти значения в уравнение (4), получим

$$y_4 = 15 + 0,84x_3 - 0,67x_3^2. \quad (4a)$$

Из (4a) можно определить точку перегиба параболы ( $x_{3e} = +0,63$  или 8,6 мин), в которой значение удельной поверхности  $\hat{y}_4 = 15,26 \text{ м}^2/\text{г}$ , что подтвердилось (с точностью до ошибки опыта  $S_y = 0,15$ ) экспериментом, проведенным в этих условиях.

Таким образом, оптимальными условиями для определения максимальной величины удельной поверхности будут:  $x_1 = +1$  (40g);  $x_2 = +1$  (сухой помол) и  $x_3 = +0,63$  (8,6 мин). В этом случае расчетное значение  $\hat{y}_3 = 15,26 \text{ м}^2/\text{г}$ . В то время как при  $x_1 = x_2 = x_3 = +1$  (опыт № 16)  $\hat{y}_{16} = 15,17 \text{ м}^2/\text{г}$ . Незначительный рост удельной поверхности при измельчении порошка  $\text{Si}_3\text{N}_4$  в ацетоне объясняется тем, что энергонапряженность процесса измельчения в ацетоне значительно снижается [6].

Исследование влияния ускорения измельчения и времени помола на содержание железа в шихте проводили по плану  $2 \times 4$ , где 2 – два уровня ускорения (20g и 40g), а 4 – четыре уровня времени измельчения ( $\tau = 0; 2; 4$  и 6 мин). Матрица плана и результаты эксперимента приведены в табл. 3. Здесь  $y$  – содержание железа в порошке  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (%);  $x_1$  – величина ускорения (20g и 40g);  $x_2$  – время измельчения ( $\tau = -1; -1/3; +1/3$  и  $+1$ ).

Таблица 3

№	$x_1$	$x_2$	$x_1x_2$	$x_2^2$	$y$	$\hat{y}$
1	–	–	+	+	0,8	0,71
2	–	–1/3	+1/3	1/9	1,0	1,04
3	–	+1/3	–1/3	1/9	1,2	1,24
4	–	+	–	+	1,28	1,29
5	+	–	–	+	0,8	0,83
6	+	–1/3	–1/3	1/9	1,38	1,36
7	+	+1/3	+1/3	1/9	1,52	1,54
8	+	+	+	+	1,62	1,69

Ошибка воспроизводимости  $S_y = 0,06$  %; дисперсия параметра оптимизации  $S_y^2 = 0,0036$  ( $y$  и  $\hat{y}$  – экспериментальные и расчетные значения содержания железа, %). После расчета коэффициентов уравнения и проверки их значимости получено уравнение, адекватно описывающее экспериментальную область:

$$y = 1,29 + 0,13x_1 + 0,36x_2 + 0,07x_1x_2 - 0,16x_2^2, \quad (5)$$

из которого видно, что наибольшее влияние на содержание железа в порошке  $\text{Si}_3\text{N}_4$  оказывает

время измельчения ( $x_2$ ), влияние ускорения ( $x_1$ ) слабее:  $x_1 = -1$  принято для минимизации железа в смеси. Подставляя  $x_1 = -1$  в уравнение (5), получим

$$y = 1,16 + 0,29x_2 - 0,16x_2^2. \quad (5a)$$

Это – уравнение параболы с точкой перегиба  $x_{2e} = +0,91$ , в которой  $y_s = 1,29$  %, что явно много. При  $x_2 = -1$   $y = 0,71$  %, но в этом случае удельная поверхность порошка будет слишком мала ( $< 3$  м<sup>2</sup>/г). Следовательно, нужно искать компромиссный вариант. Таким вариантом будет  $x_1 = +1$  (40г) и  $x_2 = -1/3$ . Тогда удельная поверхность будет равна примерно 15 м<sup>2</sup>/г, а содержание железа – 1,2 %.

Размол в шаровой мельнице до той же дисперсности требует 100 ч, при этом содержание железа повышается на порядок [5]. По мере увеличения дисперсности порошка неизбежно возрастает содержание в нем кислорода [6]. Количество кислорода в размолотом нитриде кремния существенно зависит не только от времени помола, но и от соотношения массы шаров и порошка, увеличиваясь с ростом этого соотношения. Размолотые порошки образуют легкоразрушающиеся агломераты, хорошо формуются и прессуются без связи до относительной плотности 65...67 % при давлении ~400 МПа. Усадка образцов фиксируется при 1300 °С.

Для исследования кинетики спекания образцов из порошка  $\text{Si}_3\text{N}_4$  были проведены эксперименты по плану  $2 \times 3 \times 4$ , где 2 – два уровня добавки (механическая смесь и сложный оксид), 3 – три уровня температуры спекания (1400, 1450 и 1500 °С) и 4 – четыре уровня времени спекания (0; 20; 40 и 60 мин).

Матрица плана  $2 \times 3 \times 4$  и результаты эксперимента приведены в табл. 4.

Здесь  $y$  – величина усадки  $\left(\frac{\Delta V}{V}, \%\right)$ ;  $x_1$ ;  $x_2$  и  $x_3$  – кодированные уровни первого фактора (смесь оксидов и сложный оксид), температуры и времени спекания;  $\hat{y}$  – расчетное значение усадки. Ошибка воспроизводимости составила  $S_y = 0,13$  (10 % средней величины).

После расчетов коэффициентов уравнения и проверки их значимости получено адекватное уравнение

$$y = 1,68 + 0,13x_1 + 0,43x_3 + 0,88x_3 + 0,07x_1x_2 + 0,1x_1x_3 + 0,33x_2x_3 + 0,15x_2^2 - 0,83x_3^2, \quad (6)$$

из которого видно, что наибольшее влияние на усадку оказывают время спекания ( $x_3$ ), затем температура спекания ( $x_2$ ). Влияние состава добавки ( $x_1$ ) намного слабее.

Таблица 4

№	$x_1$	$x_2$	$x_3$	$x_1x_2$	$x_1x_3$	$x_2x_3$	$x_2^2$	$x_3^2$	$y$	$\hat{y}$
1	–	–	–	+	+	+	+	+	0	0,06
2	–	–	–1/3	+	+1/3	+1/3	+	1/9	1,1	1,1
3	–	–	+1/3	+	–1/3	–1/3	+	1/9	1,2	1,3
4	–	–	+	+	–	–	+	+	1,2	1,1
5	–	000	–	0	+	0	0	+	0	0,06
6	–	0	–1/3	0	+1/3	0	0	1/9	1,4	1,22
7	–		+1/3	0	–1/3	0	0	1/9	1,5	1,7
8	–		+	0	–	0	0	+	1,5	1,5
9	–	+	–	–	+	–	+	+	0	0,1
10	–	+	–1/3	–	+1/3	–1/3	+	1/9	1,9	1,7
11	–	+	+1/3	–	–1/3	+1/3	+	1/9	2,1	2,3
12	–	+	+	–	–	+	+	+	2,4	2,34
13	+	–	–	–	–	+	+	+	0	0,02
14	+	–	–1/3	–	–1/3	+1/3	+	1/9	1,25	1,18
15	+	–	+1/3	–	+1/3	–1/3	+	1/9	1,35	1,52
16	+	–	+	–	+	–	+	+	1,40	1,3
17	+	0	–	0	–	0	0	+	0	0,03
18	+	0	–1/3	0	–1/3	0	0	1/9	1,65	1,45
19	+	0	+1/3	0	+1/3	0	0	1/9	1,8	2,03
20	+	0	+	0	+	0	0	+	1,9	1,95
21	+	+	–	+	–	–	+	+	0	0,03
22	+	+	–1/3	+	–1/3	–1/3	+	1/9	2,25	2,15
23	+	+	+1/3	+	+1/3	+1/3	+	1/9	2,7	2,8
24	+	+	+	+	+	+	+	+	3,0	2,94

Полагая  $x_1 = +1$  и  $x_2 = +1$ , из (6) получим

$$y = 2,46 + 1,31x_3 - 0,83x_3^2. \quad (6a)$$

Это – парабола с точкой перегиба  $x_{3e} \approx 0,8$  ( $\tau = 54$  мин), в которой расчетное значение усадки при  $\hat{y}_s = 2,98 \approx 3,0$  %. При  $x_3 = +1$  ( $\tau = 60$  мин) расчетное значение  $\hat{y}_{24} = 2,94$ , что находится в пределах ошибки опыта. Таким образом, для получения максимальной усадки в качестве добавки следует выбрать сложный оксид ( $x_1 = +1$ ), температуру спекания 1500 °С ( $x_2 = +1$ ) и время спекания 54 мин ( $x_3 = +0,8$ ).

Влияние добавки на процесс уплотнения образцов из  $\text{Si}_3\text{N}_4$  можно объяснить разной скоростью взаимодействия оксидов. Это подтверждается рентгенофазовым анализом оксидных

образцов, отожженных при разных температурах в течение 2 ч. В сложном соосажденном оксиде взаимодействие фиксируется уже при 600...700 °С, а при 1000...1100 °С на рентгенограмме есть только линии соединений и вид рентгенограммы стабилизируется. В механической смеси оксидных порошков окончание взаимодействия растягивается до 1300...1400 °С. На начальных стадиях спекания в первые 20 мин выдержки внутренняя структура прессовок перестраивается, происходит ее огрубление, удельная поверхность образцов изменяется. Таким образом, в течение первого часа спекания при 1500 °С и даже при нагреве происходит примерно одинаковое для образцов с обоими видами добавки огрубление пористой структуры. При высокотемпературном спекании характер влияния добавки изменяется. Плотность  $\text{Si}_3\text{N}_4$  возрастает с увеличением времени спекания. При этом наблюдается рост зерен, особенно, если оксиды введены в виде механической смеси. Введение сложного оксида в какой-то мере стабилизирует мелкозернистую структуру.

Для исследования влияния добавки и времени спекания на плотность и микротвердость образцов  $\text{Si}_3\text{N}_4$  был проведен полнофакторный эксперимент вида  $N = 2^k$ , где  $N$  – количество опытов (строк), а  $k$  – количество факторов (в нашем случае  $k = 2$ ). В качестве параметров оптимизации выбраны плотность образцов после спекания при температуре 1700 °С ( $y_1$ ) и микротвердость (ГПа) –  $y_2$ , а в качестве факторов: добавка (механическая смесь и сложный оксид) и время спекания (1 и 2 ч).

Матрица плана и результаты опытов приведены в табл. 5

Таблица 5

№	$x_1$	$x_2$	$x_1x_2$	$y_1$	$\hat{y}_1$	$y_2$	$\hat{y}_2$
1	+	+	+	3,20	3,20	10	10
2	–	+	–	3,13	3,12	8,5	8,5
3	+	–	–	3,11	3,10	8,5	8,5
4	–	–	+	3,02	3,02	11,25	11,24

Здесь  $x_1$  и  $x_2$  – кодированные уровни факторов (сложный оксид  $x_1 = +1$ );  $y_1$  – плотность, г/см<sup>3</sup>;  $y_2 = \text{HV}_{500}$  (ГПа).

Расчет коэффициентов проводили по формуле [4]

$$b_i = \frac{1}{N} (\sum x_i y_i). \quad (7)$$

Например:

$$b_0 = \frac{1}{4} (3,20 + 3,13 + 3,11 + 3,02) = 3,11;$$

$$b_1 = \frac{1}{4} (3,20 - 3,13 + 3,11 - 3,02) = 0,04 \text{ и т. д.}$$

В результате были получены следующие значения коэффициентов:  $b_0 = 3,11$ ;  $b_1 = 0,04$ ;  $b_2 = 0,05$  и  $b_{12} = -0,005$ . Их значимость проверяли с помощью доверительного интервала для коэффициентов  $\Delta b_i$  по формуле

$$\Delta b_i = \pm t S_{bi}, \quad (8)$$

где  $t$  – критерий Стьюдента (в нашем случае он равен 2,776);  $S_{bi}$  – средняя квадратическая ошибка в нахождении коэффициентов, определяемая по формуле  $S_{bi} = \sqrt{S_y^2 / Nn}$ , где  $S_y^2$  – дисперсия параметра оптимизации (у нас  $S_y^2 = 0,0009$ );  $n$  – число параллельных опытов в каждой строке ( $n = 1$ ).

Таким образом,  $\Delta b_i = \pm 0,04$ . Следовательно,  $b_{12} = [-0,005] < 0,04$  незначим, и уравнение регрессии будет выглядеть следующим образом:

$$y_1 = 3,11 + 0,04x_1 + 0,05x_2. \quad (9)$$

Проверка адекватности (9) подтвердила эту гипотезу  $\left( F_p = \frac{0,0001}{0,0009} < 1 \right)$  при любых уровнях доверия  $\alpha$ . Это подтверждается также сравнением расчетных и опытных значений  $y$  и  $\hat{y}$  (табл. 5), следовательно, с увеличением уровней обоих факторов плотность растет.

Обработка результатов опытов для  $y_2$  позволила при ошибке опыта  $S_y = 0,1$  ( $S_y^2 = 0,01$ ) получить адекватное уравнение со всеми значимыми коэффициентами

$$y_2 = 9,56 - 0,31x_1 - 0,32x_2 + 1,06x_1x_2, \quad (10)$$

из которого видно, что максимальная твердость, напротив, будет при  $x_1 = -1$  (механиче-

ская смесь) и  $x_2 = -1$  ( $\tau = 1$  ч). Она равна 11,25 ГПа.

Снижение твердости при повышении времени спекания ( $x_2 = +1$ ) и применении сложного оксида ( $x_1 = +1$ ) можно объяснить ростом зерна при увеличении времени спекания.

Таким образом, при размоле данного порошка нитрида кремния, полученного печным синтезом, в центробежно-планетарной мельнице (активатор АГО-2) с ускорением мелющих тел 20g и 40g удастся достичь его высокой дисперсности в течение 10...15 мин. Размолотые порошки обладают высокой активностью, что позволяет получить высокоплотные (96...98 %) образцы  $\text{Si}_3\text{N}_4$  при дальнейшем прессовании и спекании. Полученные уравнения регрессии дают возможность выбрать оптимальные условия для получения порошков

нитрида кремния и высокоплотных образцов из них.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Oda J., Kanem M., Yamamoto N. Pressureless sintered silicon nitride // Nitrogen ceramics / Ed. by F. L. Riley. – Nordhoff-Leyden, 1977. – P. 359–365.
2. Herbell T. P., Freedman M. R., Kiser J. D. Particle size reduction of  $\text{Si}_3\text{N}_4$  powder with  $\text{Si}_3\text{N}_4$  hardware / Ceram. End. Sci. Proc. – 1986. – Vol. 7, № 7/8. – P. 817–827.
3. Greskovich Ch., O'Clare Ch. Effect of impurities on sintering  $\text{Si}_3\text{N}_4$  containing MgO or  $\text{Y}_2\text{O}_3$  additives // Amer. Ceram. Soc. Bull. – 1978. – Vol. 57, № 11. – P. 1055–1056.
4. Вознесенский В. А. Статистические методы планирования эксперимента в технико-экономических исследованиях. – М.: Статистика, 1974. – 192 с.
5. Deeley G. G., Herbert J. M., Moore N. C. Dense Silicon Nitride // Powder Met. – 1961. – № 8. – P. 145–151.
6. Матвейчук В. Н., Паничкина В. В. Применение высокоэнергетического размала для активизации спекания порошков нитрида кремния // Порошковая металлургия. – 1992. – № 11. – С. 98–101.

УДК 621.771

## СПОСОБ ФОРМИРОВАНИЯ ШИРИНЫ РЕССОРНЫХ ЗАГОТОВОК ПЕРЕМЕННОГО ПРОФИЛЯ ПРИ ПРОКАТКЕ НА ОПРАВКЕ

*Докт. техн. наук, проф. ИСАЕВИЧ Л. А., инж. ГЕРАСИМОВА А. Г.*

*Белорусский национальный технический университет*

Широкое использование малолистовых рессор из листов переменного профиля объясняется существенными преимуществами этих рессор по сравнению с традиционно применяемыми многолистовыми рессорами из листов постоянного по длине сечения. Это позволяет снизить массу изделия, обеспечить значительную экономию металла и уменьшить стоимость автомобиля.

Технология изготовления малолистовых рессор применяется на Минском рессорном заводе в производстве передней подвески большегрузных автомобилей МАЗ и включает индукционный нагрев полосовой заготовки, формообразование полосы, пробивку центрального отверстия, обрезку концов, завивку

ушков и сборку. Формообразование заготовок осуществляется путем прокатки полосы на перемещающейся профилированной оправке в неприводных валках при жестко фиксированном зазоре между ними [1]. Таким образом, профилирование полосовых заготовок обеспечивается соответствующим контуром рабочих поверхностей подвижной оправки.

В процессе формообразования заготовок имеет место существенный недостаток – уширение концевых частей полосы, связанное с изменением обжатия по ее длине. Это приводит к тому, что для получения точных размеров по ширине заготовки требуется дополнительная операция – фрезерование или обрезка концов прокатанной полосы по ширине. Поэтому цель